

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

# PATENTSCHRIFT

(19) **DD** (11) **253 244 A1**

4(51) C 01 B 33/154  
C 01 B 33/158

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 01 B / 295 225 5

(22) 13.10.86

(44) 13.01.88

(71) VEB Chemiewerk Bad Köstritz, Bad Köstritz, 6504, DD

(72) Mörl, Lothar, Prof. Dr. sc. techn.; Künne, Hans-Joachim, Dr.-Ing.; Krell, Lothar, Dr.-Ing.; Blaudszun, Jürgen, Dr.-Ing.; Renneberg, Wolfgang, Dipl.-Ing.; Kreisel, Reiner, DD

(54) Apparat zur Herstellung von kugelförmigem Hydrogel

(57) Die Erfindung bezieht sich auf einen Apparat, in dem nach dem Fällungsprinzip aus einem eingedüsten Sol ein ölfreies Hydrogel hergestellt wird, welches auch in der Lebens- und Genußmittelindustrie verwendet werden kann. Es steht dabei die Aufgabe, einen geeigneten Apparat zu entwickeln, in dem ein ölfreies und kugelförmiges Hydrogel hergestellt und eine Regelung des Flüssigkeitsstromes sowie der Phasengrenzfläche zwischen den beiden im Apparat befindlichen Flüssigkeiten erreicht wird. Die Aufgabe wird durch die Erfindung in der Form realisiert, daß in verschiedenen Ebenen im Apparat, als zylindrischer Behälter ausgeführt, drei, eine untere, eine mittlere und eine obere, Flüssigkeitsverteilereinrichtungen angeordnet sind, die über Regelorgane und entsprechende Rohrleitungen mit den Vorratsbehältern in Verbindung stehen. Zur Regelung der Phasengrenzfläche ist ein Sensorenpaar zwischen der mittleren und oberen Flüssigkeitsverteilereinrichtung vorgesehen, das mit einem Regler verknüpft ist, welcher im Bedarfsfalle den Zustrom der schweren Flüssigkeit regelt.

ISSN 0433-6461

5 Seiten

BEST AVAILABLE COPY

# Patentansprüche:

1. Apparat zur Herstellung von kugelförmigem Hydrogel, in dem, durch eine Phasengrenzfläche getrennt, zwei Medien vorgesehen sind und ein Sol nach dem Fällungsprinzip eingedüst wird, **gekennzeichnet dadurch**, daß in dem zylindrischen Apparat (1) drei, eine untere, eine mittlere und eine obere, Flüssigkeitsverteilereinrichtungen (4; 8; 9) in verschiedenen Ebenen vorgesehen sind, ein aus zwei Sensoren (18; 18') bestehendes Sensorenpaar höhenverstellbar zwischen der mittleren und der oberen Flüssigkeitsverteilereinrichtung (8; 9) angeordnet ist und dem Apparat (1) im oberen Bereich ein, unter einem Winkel  $\alpha$  und als Rinne (15) ausgebildeter Überlauf (14) mit nachgeordnetem Sieb (16) und einer weiteren Rinne (17), zugeordnet ist.
2. Apparat nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Rinne (15) vorzugsweise unter einem Winkel  $\alpha = 30^\circ$  und das Sieb (16) sowie die zweite Rinne (17) unter einem Winkel  $\beta = 20^\circ$  angeordnet sind.
3. Apparat nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die drei Flüssigkeitsverteilereinrichtungen (4; 8; 9) als Ringrohr ausgebildet sind, wobei der Ringrohrdurchmesser größer als der Radius des Apparates (1) ist und die untere Flüssigkeitsverteilereinrichtung (4) an seiner Unterseite und die mittlere und obere Flüssigkeitsverteilereinrichtung (8; 9) an ihren Oberseiten Flüssigkeitsdurchtrittsöffnungen aufweisen.
4. Apparat nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß dem Apparat (1) ein, mit der mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung (8) in Verbindung stehender Vorratsbehälter (22) zugeordnet ist, dessen Abstand H zur mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung (8) sich aus der Beziehung 
$$H = H' + H'' \cdot \frac{\rho_w}{\rho_s}$$
 ergibt und der Zufluß der schwereren Flüssigkeit aus dem Vorratsbehälter (22) in den Apparat (1) über einen Regler (19), in Abhängigkeit des Flüssigkeitsniveaus an der Phasengrenzfläche, steuerbar gestaltet ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

## Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft einen Apparat zur Herstellung von kugelförmigem Hydrogel, welches ölfrei in seiner Konsistenz sein muß, um es beispielsweise auch in der Lebens- und Genußmittelindustrie anzuwenden.

## Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bekannte Einrichtungen bzw. Apparate zur Erzeugung von Hydrogelen sind die sogenannten Fällkolonnen, in denen ein aus zwei Komponenten bestehendes flüssiges Sol über eine Mischdüse in ein flüssiges Medium gelangt. Das flüssige Sol tropft in ein Medium, das leichter als Wasser ist, z. B. Öl, die Tropfen bewegen sich auf Grund ihrer Schwerkraft nach unten und gelangen durch eine Phasengrenzfläche in ein darunter liegendes Wasserbad.

Zur Erzielung eines gleichmäßigen Tropfenspektrums ist dabei ein Spritzsteller unterhalb der Mischdüse erforderlich. Der Nachteil dieser Lösung besteht vor allem darin, daß das Medium, in das das erstarrende Sol hineintropft, leichter sein muß als Wasser. Somit kann entweder ein höher siedendes Öl genutzt werden oder eine leichter siedende Komponente. Im ersten Falle kommt es durch Anhaften von Ölresten an den Hydrogelkugeln zu Ölspuren im Hydrogel, die sich bei der Trocknung des Hydrogels im Trockner nicht wieder entfernen lassen. Somit ist das getrocknete Hydrogel nicht für alle erforderlichen Einsatzfälle verwendbar. Im zweiten Falle kommt es durch die offene Oberfläche des Apparates, in den die Soltropfen hineintropfen, zu hohen Verlusten aufgrund der Verdampfung des Lösungsmittels bzw. zur Gefährdung der Umwelt durch toxische oder explosive Gasgemische.

## Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist die Verbesserung der Qualität des Hydrogels und die Schaffung eines umfangreichen Anwendungs- bzw. Verwendungszweckes.

BEST AVAILABLE COPY

## Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen Apparat zur Herstellung von kugelförmigem Hydrogel aus einem wässrigen Sol zu entwickeln, daß nach dem Trocknungsprozeß keine organischen Lösungsmittel mehr im Hydrogel enthalten sind und eine Regelung des Flüssigkeitsstromes sowie der Phasengrenzfläche erfolgen kann.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch einen Apparat gelöst, der in seinem Inneren drei in verschiedenen Höhen angeordneten Flüssigkeitsverteilereinrichtungen aufweist und dem in unmittelbarer Niveauhöhe der Phasengrenze ein in der Höhe verstellbares Sensorenpaar zugeordnet ist.

Die untere Flüssigkeitsverteilereinrichtung ist unterhalb der Mischdüse angeordnet und mit der mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung, welche unter der Phasengrenzfläche vorgesehen ist, über eine Rohrleitung und ein Regelorgan verbunden. Die dritte, die obere Flüssigkeitsverteilereinrichtung befindet sich oberhalb der Phasengrenze und ist ebenfalls über eine Rohrleitung und ein Regelorgan mit einem Wasservorratsbehälter verbunden.

Es gehört weiterhin zur Erfindung, daß die Sensoren des Sensorenpaars in der unteren und oberen Flüssigkeit angeordnet und mit einem Regler verbunden sind, wobei der Regler ein Ventil ansteuert und entsprechend dem Betriebszustand, d. h. der Höhe der Phasengrenzfläche, den Zufluß der schweren Flüssigkeit, beispielsweise Tetrachlorkohlenstoff, in den Apparat regelt.

Der Vorratsbehälter für die schwerere Flüssigkeit ist dabei in einer bestimmten Höhe „H“ zur mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung angeordnet, die sich aus der Summe der Höhen „H'“, zwischen mittlerer Flüssigkeitsverteilereinrichtung und oberen Sensor und „H“, zwischen oberen Sensor und Oberfläche des Wassers im Apparat, multipliziert mit dem Dichteverhältnis der beiden im Apparat befindlichen Flüssigkeiten, ergibt. Es gilt folgende Beziehung:

$$H = H' + H'' \cdot \frac{\rho_w}{\rho_s}$$

Dabei bedeuten:  $\rho_w$  die Dichte des Wassers

$\rho_s$  die Dichte der schwereren Flüssigkeit

Ein weiteres Merkmal der Erfindung besteht darin, daß die Flüssigkeitsverteilereinrichtungen als Ringrohr ausgebildet sind, wobei der Ringrohrdurchmesser größer als der Radius des Apparates selbst ist und die einzelnen Flüssigkeitsverteilereinrichtungen Durchtrittsöffnungen aufweisen.

Zur Erfindung gehört auch, daß im oberen Teil des Apparates ein als Rinne ausgebildeter Überlauf unter einem bestimmten Winkel  $\alpha$ , welcher kleiner als der Neigungswinkel  $\beta$  des nachfolgenden Siebes ist, angeordnet ist. Der sich unterhalb des Siebes befindliche Flüssigkeitsauffang- und -vorratsbehälter ist über eine Rohrleitung, in der eine Pumpe und ein Regelorgan vorgesehen sind, mit der oberen Flüssigkeitsverteilereinrichtung verbunden.

Der funktionelle Ablauf ist folgender:

Über zwei getrennte Rohrleitungen werden Säure und Wasserglas einer Mischdüse zugeführt. Nach intensiver Vermischung von Säure und Wasserglas in der Mischdüse tritt das entstandene Sol aus der Mischdüse aus und gelangt in eine nicht mit Wasser mischbare Flüssigkeit, die schwerer als Wasser ist. Aufgrund des Auftriebs und der Verteilerwirkung der Mischdüse bilden sich Solkugeln, die langsam in der Flüssigkeit aufsteigen. Während des Aufsteigens der Solkugeln erstarrt das Sol zum Gel. Dieser Vorgang ist abgeschlossen, wenn die Gelkugeln die mittlere Flüssigkeitsverteilereinrichtung passieren und durch eine Phasengrenzfläche, die sich oberhalb der mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung befindet, hindurchtreten und in das darüber liegende Wasser gelangen. Die absolute Aufstiegs geschwindigkeit der Sol- bzw. Gelkugeln im unteren Teil des Apparates ist neben den Stoffwerten insbesondere abhängig von der Relativgeschwindigkeit des im Gegenstrom geführten Flüssigkeitsstromes, der sich von oben nach unten, also entgegen der Aufstiegsrichtung der Gelkugeln, bewegt. Dieser Flüssigkeitsstrom wird von einer mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung in der Mitte des Apparates verteilt, strömt entgegen den aufsteigenden Gelkugeln nach unten und wird durch die untere Flüssigkeitsverteilereinrichtung aufgenommen, über eine Rohrleitung einer Pumpe zugeführt und von dieser Pumpe zugeführt und von dieser Pumpe über ein Ventil direkt wieder in die mittlere Flüssigkeitsverteilereinrichtung eingespeist. Oberhalb der mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung befindet sich die obere Flüssigkeitsverteilereinrichtung, die mit Wasser aus einem Vorratsgefäß über eine Pumpe beaufschlagt wird. Das Wasser wird durch die obere Flüssigkeitsverteilereinrichtung verteilt und strömt im oberen Teil des Apparates aufwärts. Dabei nimmt es die gelierten Gelkugeln, die aus der Phasengrenzfläche herausgetreten sind und von den nachdrängenden Kugeln über diese Flüssigkeitsverteilereinrichtung hinaus ausgehoben werden, mit nach oben. Im oberen Teil des Apparates befindet sich ein freier Überlauf, wo das Gemisch aus Wasser und Gelkugeln in eine Rinne gelangt, die unter einem Winkel  $\alpha$  angeordnet ist und in ein durchlässiges Sieb übergeht, das unter einem Winkel  $\beta$  geneigt ist.

Das Gemisch aus Wasser und Gelkugeln bewegt sich die Rinne entlang und gelangt auf ein Sieb, wo das Wasser durch die Öffnungen des Siebes nach unten in einen Auffang- und Vorratsbehälter abfließt, während die fertigen Gelkugeln über das Sieb rollen und auf eine weitere Rinne gelangen, von wo sie abtransportiert werden können. Das durch das Sieb getretene Wasser wird direkt wieder in den Vorratsbehälter für Wasser geführt.

Um die Höhe der Phasengrenzfläche zwischen den beiden Flüssigkeiten im Apparat konstant zu halten, befindet sich ein Sensor jeweils in der schwereren Flüssigkeit und im Wasser. Falls der Spiegel der schwereren Flüssigkeit absinkt, wird von einem Regler ein Ventil geöffnet, das den Zustrom von schwerer Flüssigkeit in die Zuleitung zur mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung hervorruft. Dieser Vorgang geht so lange vor sich, bis der Flüssigkeitsspiegel am oberen Sensor angelangt ist. Danach schaltet der Regler das Ventil der Zuführungsleitung für die schwere Flüssigkeit wieder auf „zu“.

Durch die erfindungsgemäße Vorrichtung können physikalisch schwere aber leicht sledende mit Wasser nicht mischbare Komponenten, wie z. B. Tetrachlorkohlenstoff, genutzt werden, um die Gelierung der Solkugeln im Aufstrom zu ermöglichen. Dabei läßt sich die Aufenthaltszeit der Sol- bzw. Gelkugeln sowohl durch die Flüssigkeitsmenge im unteren Kreislauf als auch durch die in der Höhe verstellbaren Sensoren und somit den Flüssigkeitsweg im oberen Teil des Apparates regeln. Durch die vollständige Wasserabdeckung der schwereren Flüssigkeit können hier auch Flüssigkeiten mit relativ hohem Dampfdruck verwendet werden, ohne daß es zu Verdampfungsverlusten zu toxischen oder explosiven Gasgemischen in der Atmosphäre kommen kann.

Falls sich an den Gelkugeln geringe Spuren des Lösungsmittels befinden, so verdampfen diese durch den hohen Dampfdruck im Trockner vollständig, und das Gel ist völlig lösungsmittelfrei.

#### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll im folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden. Dazu ist in der Zeichnung der prinzipielle Aufbau des erfindungsgemäßen Apparates dargestellt.

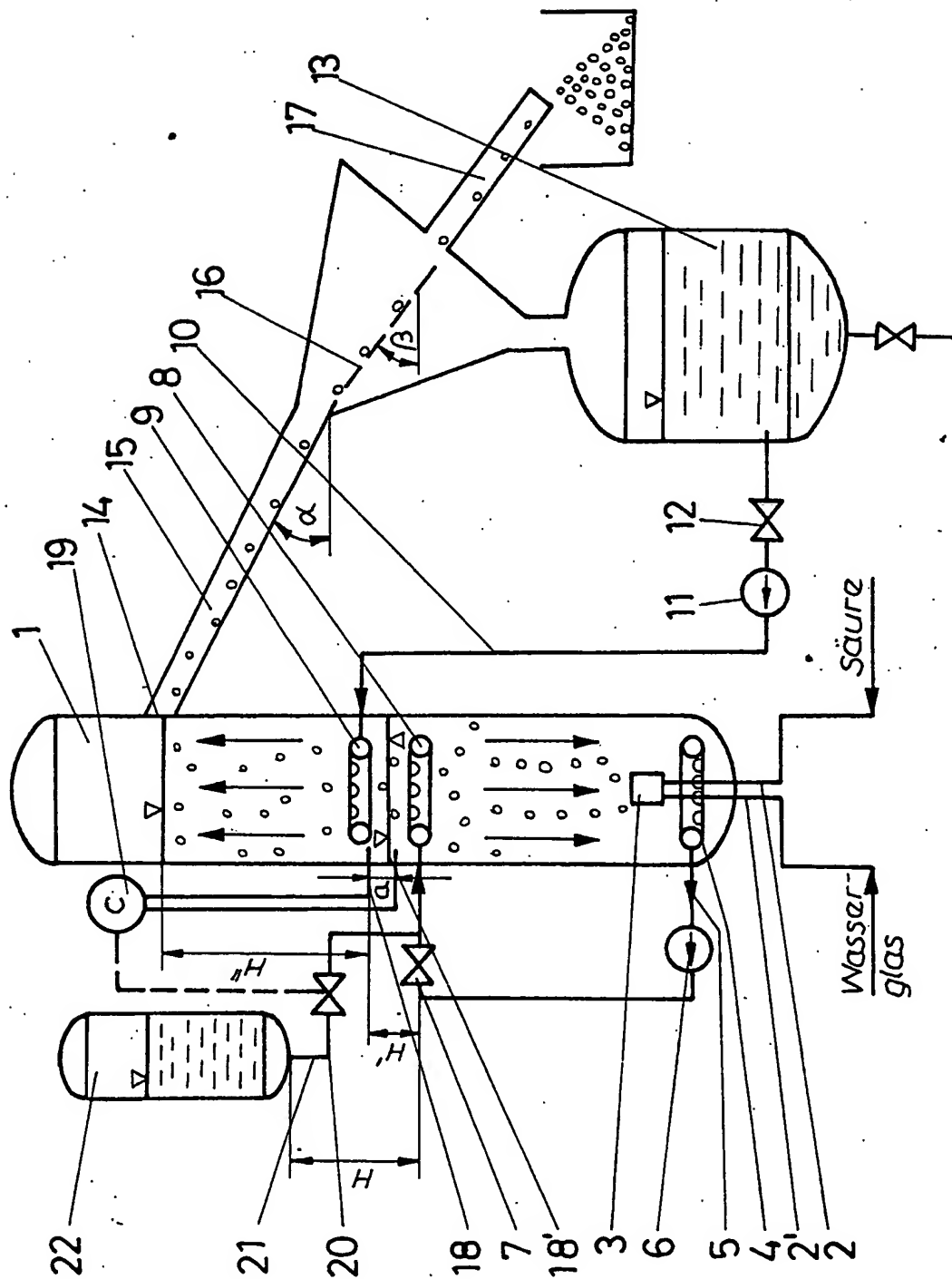
Der Apparat 1 besteht aus einem zylindrischen, oben und unten geschlossenen Behälter. Durch den Boden des Apparates 1 führen zwei getrennte Rohrleitungen 2 und 2'. Diese Rohrleitungen münden in einer Mischdüse 3. Unterhalb der Mischdüse 3 befindet sich eine untere Flüssigkeitsverteilereinrichtung 4, die als Ringrohr ausgebildet ist und an der Unterseite des Ringes Flüssigkeitsdurchtrittsöffnungen besitzt.

Die untere Flüssigkeitsverteilereinrichtung 4 ist durch eine Rohrleitung 5, in der eine Pumpe 6 und ein Ventil 7 angeordnet sind, mit einer mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung 8 verbunden. Die mittlere Flüssigkeitsverteilereinrichtung 8 ist spiegelbildlich mit den gleichen Abmessungen wie die untere Flüssigkeitsverteilereinrichtung 4 ausgebildet. Der Abstand zwischen beiden beträgt 6 m.

50 cm oberhalb der mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung 8 befindet sich die obere Flüssigkeitsverteilereinrichtung 9. Diese ist analog zur mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung mit den gleichen Abmessungen aufgebaut und über eine Rohrleitung 10, in der sich eine Pumpe 11 und ein Ventil 12 befinden, mit einem Auffang- und Vorratsbehälter 13 verbunden. 2 m oberhalb der oberen Flüssigkeitsverteilereinrichtung 9 befindet sich ein Überlauf 14, der aus dem Apparat 1 herausführt und in eine Rinne 15 übergeht. Diese Rinne 15 ist unter einem Winkel  $\alpha$  von  $30^\circ$  angeordnet und geht in ein Sieb 16 über, das unter einem Winkel  $\beta$  von  $20^\circ$  gegen die Horizontale geneigt ist. Das Sieb 16 besitzt ein Öffnungsverhältnis von 60% bei einer Maschenweite von 2 mm und geht in eine ebenfalls unter einem Winkel  $\beta$  von  $20^\circ$  geneigte Rinne 17 über.

Das Sensorenpaar mit den Sensoren 18; 18' ist zwischen den mittleren und oberen Flüssigkeitsverteilereinrichtungen 8; 9 in der Weise angeordnet, daß der Sensor 18' 10 cm über der mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung 8 und der Sensor 18 in einem Abstand von 15 cm zum Sensor 18' angebracht sind. Beide Sensoren 18; 18' sind in der Höhe verstellbar und mit einem Regler 19 verbunden, welcher ein Ventil 20 im Bedarfsfalle ansteuert. Dieses Ventil 20 ist in der Rohrleitung 21, welche den Vorratsbehälter 22 für die schwerere Flüssigkeit mit der mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung 8 verbindet, angeordnet. Der Vorratsbehälter 22 selbst ist in 2 m Höhe, gerechnet von seinem Boden zur mittleren Flüssigkeitsverteilereinrichtung 8, installiert.

BEST AVAILABLE COPY



131086-379465